

【公開版】

平成29年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「軽量・高強度で高機能化を実現する
長繊維強化複合材料の熱硬化性樹脂
射出成形技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成30年5月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 一般財団法人大阪科学技術センター

目 次

第1章 研究開発の概要

研究開発の背景・研究目的及び目標

研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

成果概要

当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

研究開発項目【1-1】 フェノール樹脂の評価、分析

研究開発項目【2】 誘導加熱法の技術開発

【2-1】 加熱実験

【2-2】 加熱器の設計データ蓄積

研究開発項目【3】 樹脂と繊維の混合技術確立、計量法の確立

【3-1】 最適熱硬化樹脂の選定

【3-2】 炭素繊維長の決定

【3-3】 樹脂と繊維の混合比の最適化と計量方法の確立

研究開発項目【4】 熱硬化性樹脂用射出成形機の開発

【4-1】 実験用トランスファ成形機、および実験用単軸押し出し機
を試作、実験

【4-2】 実験用射出成形機の試作仕様を決定と試作

【4-3】 射出条件の絞り込み

【4-4】 新スクリーンの開発、射出成形機の改良

研究開発項目【5-1】 自動車用射出成形部品の実用評価

第3章 全体総括

第1章 研究開発の概要

研究開発の背景・研究目的および目標

◎研究開発の背景

自動車部品の軽量化に関して、現行の自動車用材料として主に使用されている普通鋼、高張力鋼に代わって、燃費低減を狙い、より軽量樹脂素材の更なる利用拡大の可能性を検討する動きが目立ってきている。強度向上のため炭素繊維やガラス繊維を複合した繊維強化複合樹脂（CFRP、GFRP）やエンジニアリングプラスチックが一部で使用されてはいるが、使用部位は限定的で使用量も車両全体重量の10%以下に留まっている。

その中で、熱可塑性長繊維含有樹脂の活用が進められているが、耐熱性を求められる部位が多い自動車部品では耐熱性向上が課題である。この課題に対し、熱硬化性樹脂を用いることで耐熱性の問題をクリアする事が可能である。また、長繊維含有樹脂の開発も行われている。しかし熱硬化性樹脂に関しては、圧縮成形が主となり、使用量の多い複雑な3次元形状のエンジン回りや駆動力伝達機構の基幹部材のような複雑形状への成形対応が難しい。また、成形サイクルも射出成形に比べ2倍～5倍程度必要であるため、大量生産には不向きである。

この課題に対し熱可塑性長繊維樹脂と同じ射出成形技術を用いたが、熱硬化性樹脂において長繊維樹脂の射出成形技術は未確立である。

本研究では、軽量高強度なプラスチック成形品の開発を目的とした、熱硬化性樹脂とガラスやカーボン長繊維の複合材料を高速で成形する世界初の射出成形技術の開発を目指す。図1は研究の概要を示す。これにより熱硬化性樹脂でも長繊維複合材料の射出成形が可能となり、高強度、高耐熱性を実現し、かつ3次元複雑形状の軽量樹脂部品の製造が可能となる。この新技術の開発により、自動車のエンジン周りや駆動系の金属部品の代替が進展し、燃費向上に直結する自動車の軽量化が飛躍的に進むものと思われる。

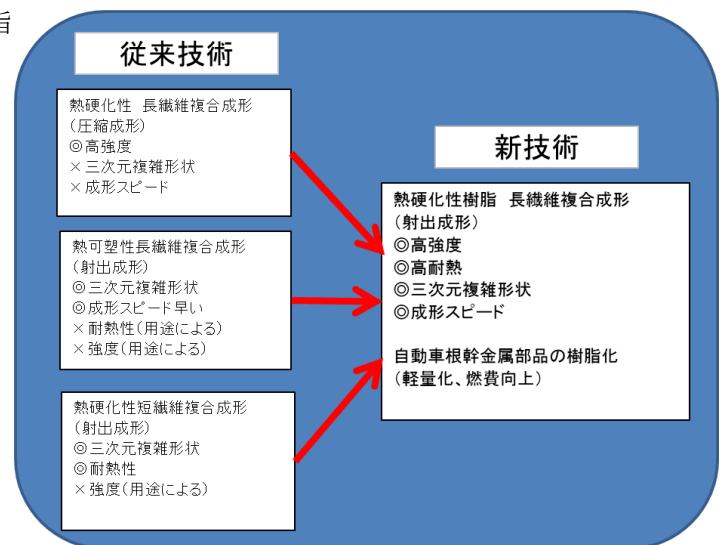


図1. 研究概要

◎研究開発の目標

耐熱性、および機械強度が要求される自動車のエンジン周りや駆動系の金属部品に関して、代替可能な高耐熱性、高強度の軽量樹脂成形部品を開発する。高機能化を実現する為、耐熱性を有する熱硬化性樹脂をベースとし、長繊維を複合した熱硬化性長繊維含有樹脂の射出成形技術の構築と、成形品スペック（強度、耐熱性など）を実用レベルまで向上させる。

◎研究開発の取り組み、課題

熱可塑性成形においては、強化長繊維を複合する射出成形技術は開発されているが、使用環境によっては耐熱性が問題となっている。この課題に対し耐熱性の高い熱硬化性長繊維強化樹脂の使用により解決を図るケースがある。しかし成形方法については圧縮成形が主で、圧縮成形では工法上の理由により3次元形状の複雑構造部品の成形が不可能である。また熱硬化性射出成形では短繊維含有樹脂による成形技術は確立されている。しかし機械的強度は長繊維強化樹脂に及ばず、また長繊維含有樹脂に関しての成形技術は未確立であった。その理由として一般の熱硬化性樹脂の成形では、図2(a)に示す様に、シリンダ内の樹脂粘度が高く、その状態で長繊維含有樹脂を混練しても、高せん断力により繊維が短く切断され高強度化の作用が発現されないことが上げられる。ただし、金型内に射出された樹脂は、樹脂が高温に加熱される事で架橋反応が始まる。この架橋反応開始直後の数秒間は粘度が非常に低下するという特徴を持っており、この特徴を生かすことができないかと考えた。

そこで本研究ではシリンダを急速加熱し、樹脂を高温に加熱する方法を検討した。高周波誘導加熱装置を導入した長繊維複合樹脂の成形技術開発に取り組んだ。図3は誘導加熱器を取り付けた成形機の検討図である。低粘度の樹脂中では長繊維の切断機会が少なくなり、繊維が保持され、繊維の分散も高めることが可能となると考えられるためである。図2(b)は本研究で目指す樹脂の粘度曲線を示す。この曲線を実現し長繊維含有樹脂を用いた高機能プラスチック成形品を実現する為、4つのテーマを設け熱硬化性長繊維含有樹脂の射出成形技術の確立を目指す。

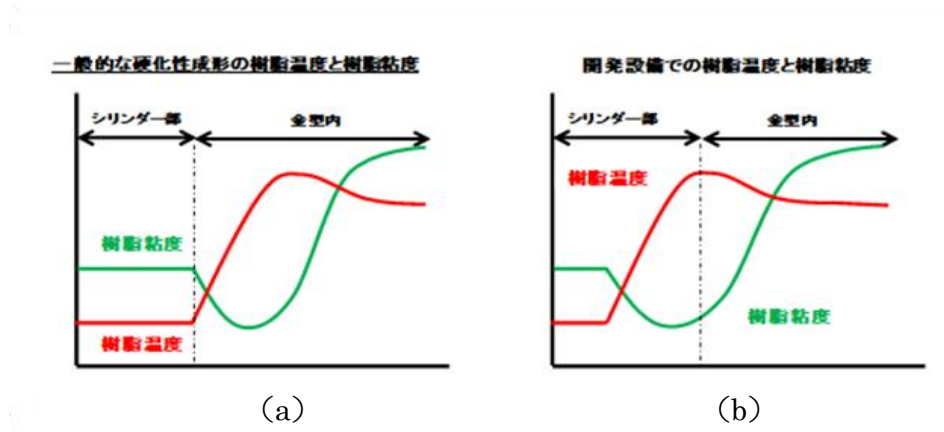


図 2. 熱硬化樹脂の粘度曲線 (a) (b)

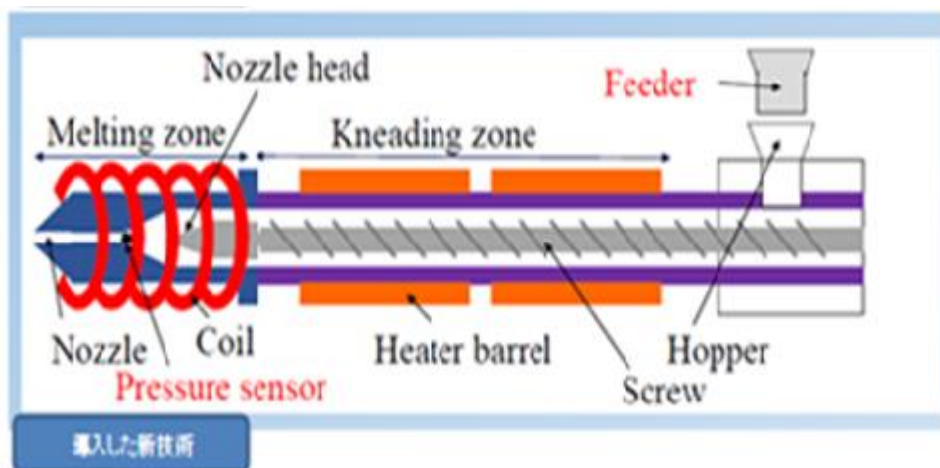


図 3. 誘導電磁加熱器の概略図

【1】フェノール樹脂の評価、分析

射出成形に適する可能性のある数種の熱硬化性樹脂の架橋温度、温度による粘度変化、架橋反応進行度などを評価し、材料メーカーに改良を依頼するとともに、成形機的设计用のデータを取得する。

【2】誘導加熱法の技術開発

金型内で起こる樹脂粘度の低下をシリンダ内で起こす為に電磁誘導加熱器を用い急速加熱による樹脂溶融を目指す。射出成形機への具装を想定した電磁誘導加熱容器を設計し、試作機の製作を行う。製作した試作機を用いて、加熱時間、温度分布などの計測を行い、加熱器の実用化を目指す。その為下記のサブテーマを基に、技術開発を行う。

【2-1】 加熱実験

電磁波発生デバイスを複数個設置した電磁誘導加熱容器を製作した。製作した単軸押し出し機や実験用射出成形機に具装し、加熱器の加熱時間、温度分布等の計測を行う。

【2-2】 加熱器の設計データ蓄積

加熱器の形状、デバイスの仕様、個数と位置、電磁波強度など変えて繰り返し実験を行い、最適加熱の条件、加熱器の設計データを求める。

【3】 樹脂と繊維の混合技術確立、計量法の確立

現在市場で使用されている熱硬化性長繊維含有樹脂は圧縮成形などの成形方法に限られており、本研究で目指す射出成形では成形方法が異なる為、射出成形材料としては適さない。本研究の目的を達成する為、下記のサブテーマを基に材料開発を行う。

【3-1】 最適熱硬化樹脂の選定

樹脂の低粘度化はフェノール樹脂の種類によって異なるため、材料メーカーと協力して射出成形に最適な特性を有する樹脂を選別する。

【3-2】 炭素繊維長の決定

射出時の繊維切断を定量的に把握し、成形可能範囲内で強度が最大になる炭素繊維の長さを決定する。

【3-3】 樹脂と繊維の混合比の最適化と計量方法の確立

成形可能な範囲内で強度が最大になる樹脂・繊維混合比率を決定する。

【4】 熱硬化性樹脂用射出成形機の開発

熱硬化性長繊維含有樹脂を射出成形できる専用射出成形機の開発を行う。下記のサブテーマに基づき設備の開発を行う。

【4-1】 実験用トランスファ成形機、および実験用単軸押し出し機を試作、実験

電磁誘導加熱装置を具備したトランスファ成形機と単軸成形機を試作し、熱硬化性樹脂の成形実験を行い、データを蓄積する。

【4-2】 実験用射出成形機の試作仕様を決定と試作

熱硬化性射出成形機、およびV&Dスクリュウの設計データをベースにトランスファ成形機での成形実験で得られたデータを用い、試作機を設計する。

※V&D スクリューとは、同志社大学と東洋機械金属が共同で開発した熱可塑性長繊維樹脂材料専用のスクリュウである。

【4-3】 射出条件の絞り込み

樹脂流動シミュレーション、及び射出実験を行い熱硬化性樹脂の成形データを蓄積する。

【4-4】 新スクリーンの開発、射出成形機の改良

繊維切断が少なく、さらに繊維が分散される低粘度熱硬化性樹脂用スクリーンを開発する。

【5】 成形品の評価

上記【1】～【4】の研究課題を達成した後、市場に出ている成形品の類似形状を用い成形性、物性評価、コスト評価など量産に向けた評価を実施する。その中で、サブテーマに基づき研究開発を行う

【5-1】 自動車用射出成形部品の実用評価

クラッチの衝撃吸収ダンパー、トルコンバーターのスラストワッシャー、固定翼等、具体的な部品を試作し、実用性およびコスト評価を供給先予定の企業と共同で行う。

研究体制

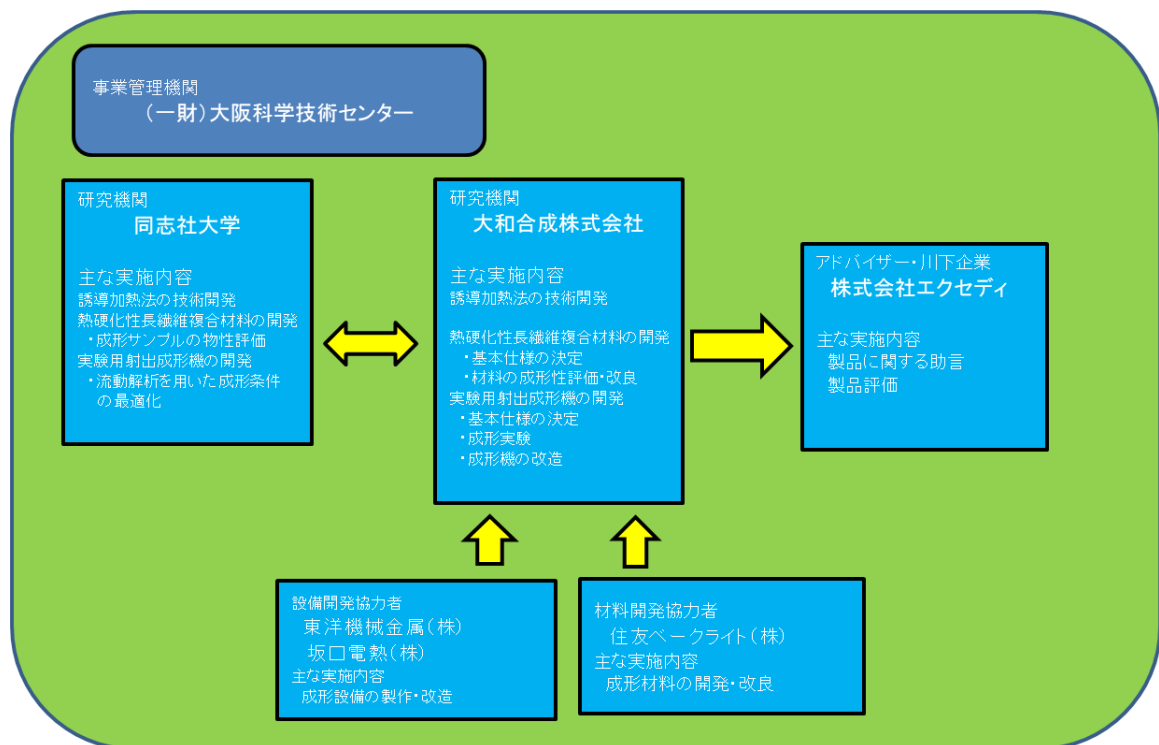


図4. 研究体制一覧

事業管理機関

一般財団法人 大阪科学技術センター
機関代表者)

所属/役職： 技術振興部 副部長

氏名：森山 昌己

研究等実施機関

①大和合成株式会社

研究代表者)

所属/役職： 取締役 営業部長 兼 技術部長

氏名：中島 真敏

②学校法人同志社 同志社大学

研究代表者)

所属/役職： 理工学部 教授

氏名：田中 達也

アドバイザー

株式会社エクセディ

担当窓口)

所属/役職： 調達本部調達部

氏名：渡木 恵子

成果概要

本研究では高耐熱・高強度の樹脂成形品の開発を目標とし、熱硬化性長繊維含有樹脂の射出成形技術確立をテーマに、誘導加熱技術の導入、長繊維含有樹脂の開発、専用射出成形機の開発を実施した。以下の研究開発を行った成果により、熱硬化性長繊維含有樹脂の射出成形技術確立を達成した。

【1】フェノール樹脂の評価、分析

本研究で使用するベース樹脂の選定を行う為以下の評価を行った。

【1-1】フェノール樹脂の温度物性評価、分析

研究に使用するベース樹脂としてフェノール樹脂を選定した。また開発協力先を住友ベークライト社に決定した。選定したベース樹脂の物性評価として、解析ソフト Moldex3D を用いた解析を実施した。その結果樹脂温度が 140℃～160℃となった時点が最も粘度が下がるという結果を得ることができた。この解析結果を基に、高周波加熱の加熱条件を設定した。

【2】誘導加熱法の技術開発

本研究に使用する高周波加熱デバイスの基本仕様を決定し、最適な加熱条件を得る為以下の研究に取り組んだ。

【2-1】 加熱実験

設計した加熱器の基本性能の確認と加熱時の温度分布を採取した。加熱条件別に複数回加熱実験を実施し、その結果を基に樹脂の混練条件に反映した。

【2-2】 加熱器の設計データ蓄積

前述の加熱実験で加熱時間、デバイスの出力、加熱コイルの設置位置など変更し複数回加熱実験を繰り返し、得られたデータを基に加熱器の改良を行った。また実験用単軸押し出し機を使用し熱硬化性樹脂の混練実験を実施した。その結果、樹脂を熔融させる加熱条件を導き出し、加熱器の実用化に向けた研究開発を達成した。

【3】樹脂と繊維の混合技術確立、計量法の確立

射出成形に適した熱硬化性長繊維含有樹脂の開発を進める為、下記内容の研究を推進した。

【3-1】 最適熱硬化樹脂の選定

複数あるフェノール樹脂の中で自動車部品の実績がある住友ベークライト製 PM9640 をベースに材料開発を行った。開発では含有する繊維の繊維長を確保する為、既存の圧縮成形用長繊維樹脂と同じフェラメント形状と、汎用の材料に近い粒形状の2種類を製作した。結果、粒の材料形状が本研究に適していると判断し、粒形状の材料を使用することに決定した。

【3-2】 炭素繊維長の決定

【3-1】項において材料の形状を決定した。その結果に基づき含有させる繊維長を決定する為、数種類の粒度に振り分けた材料製作を行った。その結果射出成形に適した粒の大きさと繊維長含有した成形材料を開発した。その結果、目標の曲げ強度 180MPa 以上、シャル

【公開版】

ピー衝撃強度 6.0KJ/m²に対し、開発した材料において曲げ強度 185MPa、シャルピー衝撃強度 8.8KJ/m²に到達し目標を達成した。

【3-3】 樹脂と繊維の混合比の最適化と計量方法の確立

樹脂と繊維の混合比率は繊維の含有率を 30%と 45%の材料を製作。双方をスクリーンで混練させた結果 30%の材料で樹脂の混練状態が良かった。

樹脂の計量方法については材料フィーダーを用い材料がホッパー下で詰まらないように飢餓供給による材料混練を試みた。材料の計量時間は 30 秒以内を目標としており、研究の結果供給量を調整したことで計量時間を 25 秒まで短縮させることができ、研究目標を達成した。

【4】 熱硬化性樹脂用射出成形機の開発

本研究で使用する射出成形機の開発を行う。研究目標を達成する為、以下のサブテーマに基づき研究を進めた。

【4-1】 実験用トランスファ成形機、および実験用単軸押し出し機を試作、実験

熱硬化性長繊維含有樹脂を成形できる射出成形機の開発目標とし、基礎研究として材料物性のデータ蓄積や成形工程の構築を目的とした、実験用トランスファ成形機並びに、実験用単軸押し出し機的设计・試作を行った。

製作した設備では、成形サイクルは 6 分 30 秒、高周波加熱時間は 9 秒、シリンダの冷却時間は 3 分と、成形工程のデータ採取を行うことができた。採取したデータより改善点を抽出し成形サイクルを 3 分まで短縮することを目標に設備の改造に着手した。その結果、計量時間、シリンダの冷却時間の大幅短縮が可能となり、成形サイクルは 3 分まで短縮させることができた。その結果当初の研究目標を達成した。

【4-2】 実験用射出成形機の試作仕様を決定と試作

熱硬化性長繊維含有樹脂の実用成形を目標とした実験用射出成形機の開発を行った。開発に際し、実験用トランスファ成形機で得られた実験データを踏襲し、試作機の基本仕様を決定し設備製作を行った。その結果、長繊維材を用いた射出成形を実現することができた。

【4-3】 射出条件の絞り込み

【4-1】項において得られた成形条件の妥当性を検証する為、MoldeX3D を用いた樹脂流動解析を行い成形条件の最適化を図った。当初成形実験では 1 サイクル 6 分かかっていたが、解析により 3 分での成形が可能との結果を導き出したことから、成形サイクルの目標を 3 分

【公開版】

とした。解析結果が再現できるかを検証する為、実際に成形を行ったところ、2分40秒～3分で成形が可能であったことから、研究目標を達成した。

【4-4】 新スクリーンの開発、射出成形機の改良

成形サイクルを短縮させるためには70秒かかっている計量時間の短縮が必要である。その為開発材料（粒形状）の噛み込み性を向上させるスクリーンの開発を行った。

計量時間の目標値は架橋反応による樹脂粘度の低下時間内とするため、30秒以内とした。

研究の結果、研究当初70秒かかっていた計量時間は25秒程度まで短縮することができ、材料混練も安定したことから研究目的を達成した。

【5】 成形品の評価

【5-1】 自動車用射出成形部品の実用評価

本研究における目標である金属部品の樹脂化を目指し、供給予定先企業より樹脂化検討部品の情報を収集した。検討部品の図面作成及び試作金型の製作を行い、実験用射出成形機を用いた成形実験を実施した。現在成形品の物性評価を行っている。

当該研究開発の連絡窓口

機関名 : 一般財団法人 大阪科学技術センター
所属、役職 : 技術振興部 副部長
氏名 : 森山 昌己
E-Mail : moriyama@ostec.or.jp
電話番号 : 06-6443-5322

機関名 : 大和合成株式会社
所属、役職 : 取締役 営業部長 兼 技術部長
氏名 : 中島 真敏
E-Mail : nakajima@daiwa-pls.co.jp
電話番号 : 072-252-1023

第2章 本論

本研究開発では、高耐熱・高強度の樹脂成形品を開発できる新たな成形技術の確立を目指し、成形材料、成形設備、成形技法の観点からそれぞれ研究開発を進めた。本章ではそれぞれの具体的内容について紹介する。

研究開発項目【1】フェノール樹脂の評価、分析

【1-1】フェノール樹脂の温度物性評価、分析

本研究を進めるにあたり、ベースとなる樹脂の選定が重要となる。本研究におけるベースの樹脂は、フェノール樹脂とした。フェノール樹脂は他の熱硬化性樹脂と比べても、耐薬品性と機械的強度が比較的に高く、自動車機構部品に要求される、軽量化、高信頼性、コスト低減の要素を満たしている。過去にはイドラプリー、スラストワッシャー等の自動車用途部品としての製作、使用がなされているという実績があることから自動車用途部品の金属代替材として評価をされている。

樹脂材料は熱を加える事で化学反応し粘度が変わる。熱硬化性樹脂は材料に熱を加える事で粘度が一時的に下がり、時間の経過とともに硬化する。これを架橋反応とよび、硬化反応に必要な温度と硬化時間は、約 180℃の時に硬化時間は約 60 秒である。硬化が開始する 10 数秒間は材料の粘度が低下する。

本項では架橋反応が始まる温度を可視化する為、金型内流動解析ソフトの「Moldex3D」を用いて粘度解析を行った。成形品モデルを図5に、金型モデルを図6に、解析成形条件を表1に示す。反応度は架橋反応の進行度合いを示す。反応度は樹脂温度ごとに異なる。反応度が0%のときは図7のように全く反応していない状態であり、反応度100%のときは図8のように完全硬化した状態となる。0%から100%の間で、反応が適度に進み粘度が下がりきる反応度が存在する。その状態となる反応度と樹脂温度を予測した。流動中の樹脂温度と反応状態の変化は起こさず、射出圧力と射出速度の勢いのみによる流動長を比較できるようにせん断発熱は0J、樹脂と壁面との摩擦係数も0とした。流動長が長いほど材料が流れやすいと判断し、粘度が低い樹脂状態であると判断した。

各樹脂温度での金型内の流動長を図9に示す。図9より樹脂温度120℃、130℃では比較的流動長が短く、155℃のとき最も長くなっている。一方で165℃以上ではほとんど材料が流動

していない。つまり樹脂温度が 140℃～160℃の間では、比較的長い流動長であり、低粘度状態であると判断できる。

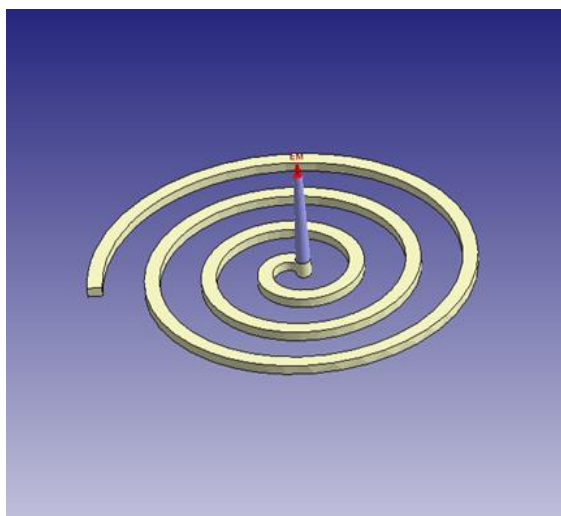


図 5. 解析成形品モデル

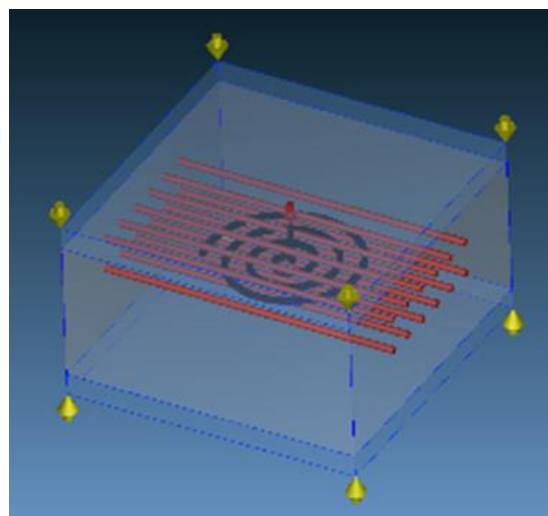


図 6. 解析金型モデル

表 1. 解析条件

Resin temperature [°C]	120	130	140	150	155	160	165	170
Mold temperature [°C]	120	130	140	150	155	160	165	170
Initial reactivity [%]	0	1	3	6	7	15	35	55
Shear heat generation [J]	0							
Friction coefficient	0							



図 7. 反応度 0%のフェノール樹脂材料

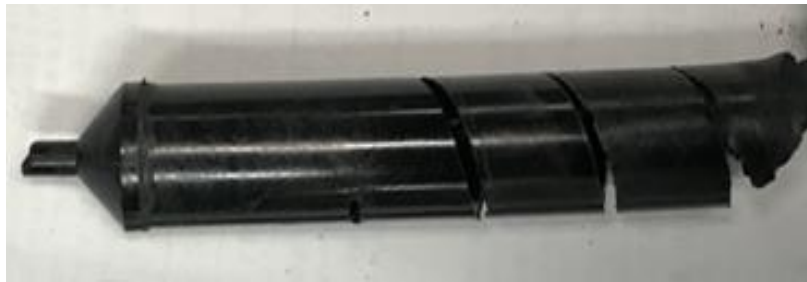
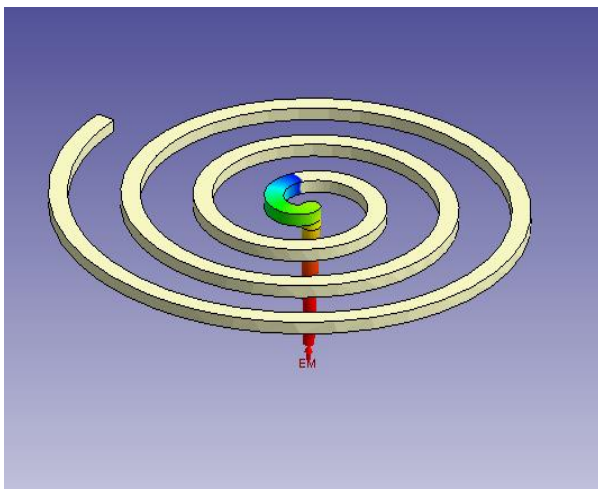
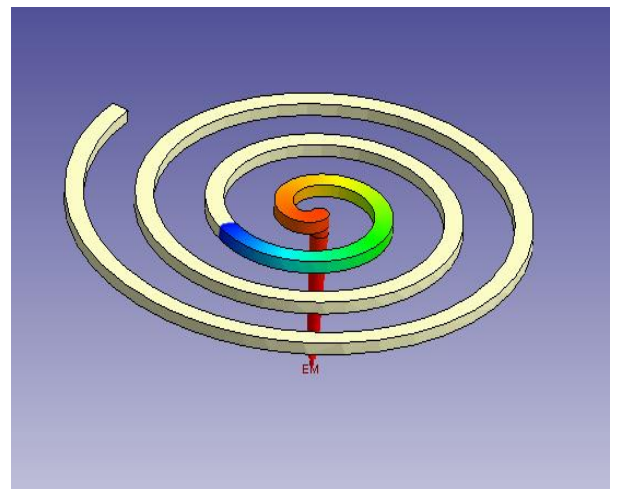


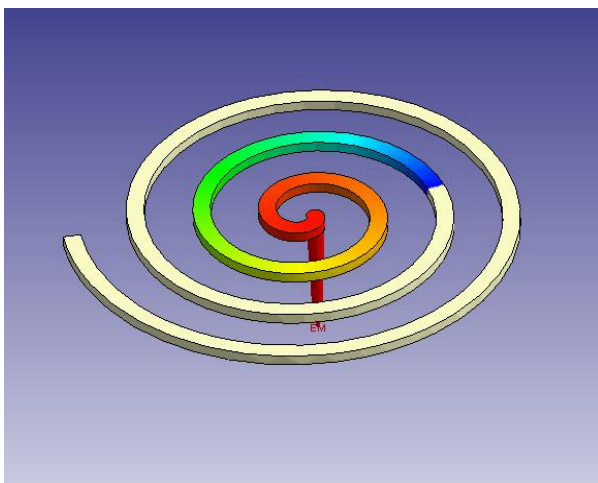
図8. 反応度 100%の完全硬化したフェノール樹脂材料



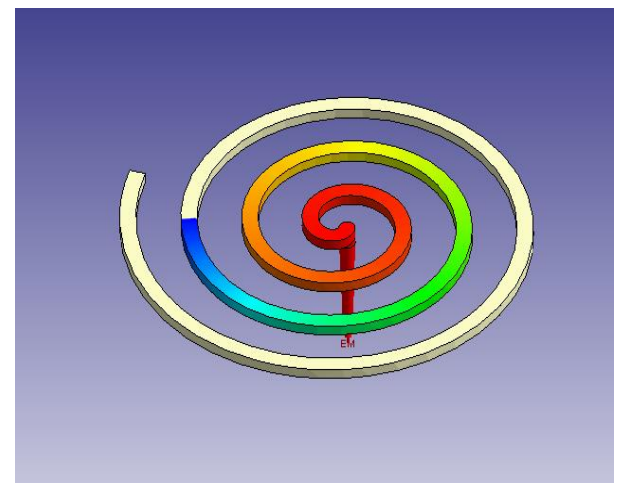
(a)



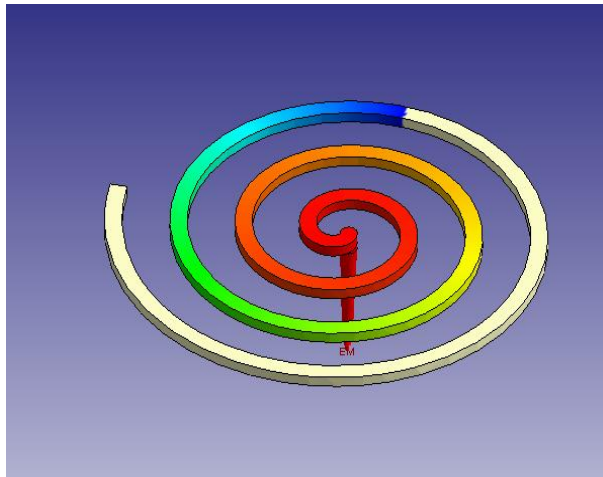
(b)



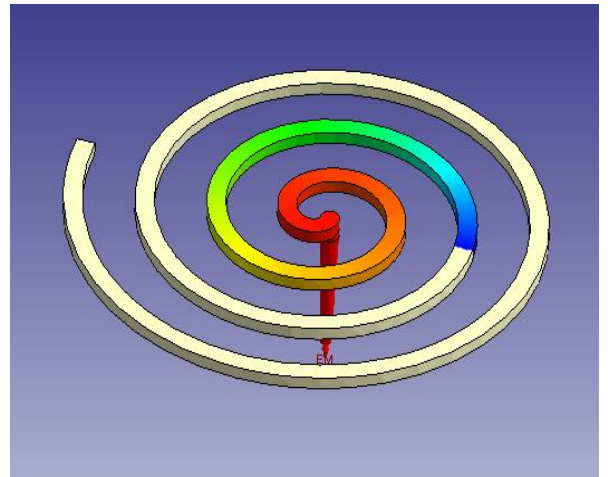
(c)



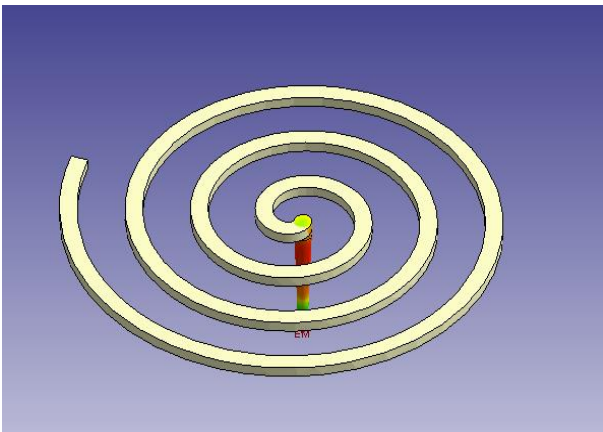
(d)



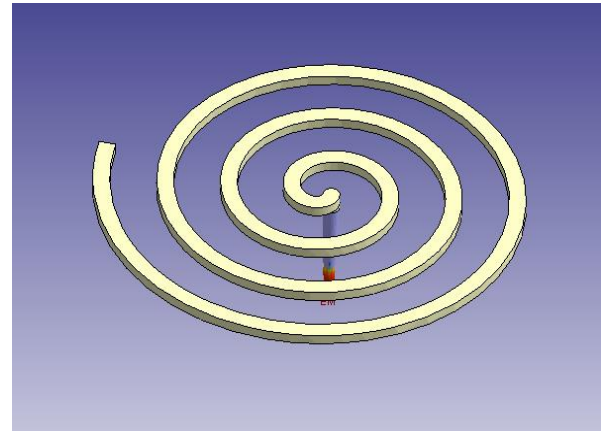
(e)



(f)



(g)



(h)

図9. 各樹脂温度での流動長 ((a) 樹脂温度 120° C, (b) 130° C, (c) 140° C, (d) 150° C, (e) 155° C, (f) 160° C, (g) 165° C, (h) 170° C)

研究開発項目【2】 誘導加熱法の技術開発

【2-1】 加熱実験

【1-1】項において熱硬化性樹脂が架橋反応する温度の範囲を導き出した。次にシリンダ内で架橋反応を再現する必要がある。高周波誘導加熱装置を導入する目的は、金型温度 180°Cをシリンダで再現する事であり、そのため高周波誘導加熱装置は短時間で 180°C付近まで加熱が可能な出力を要する必要がある。高周波誘導加熱装置の設計・製作に当たり、装置メーカーと検討した結果、下記の仕様を満たす設備とした。

- 1) シリンダを短時間（目標 10 秒以内）で 180°Cまで昇温させること。
- 2) 加熱コイル全長は 100~150mmとする。

- 3) 単軸押し出し機とトランスファ成形機射出サブユニット双方に兼用できること。
- 4) 高周波誘導加熱装置はトランスファ成形の自動運転と連動させる仕様とすること。

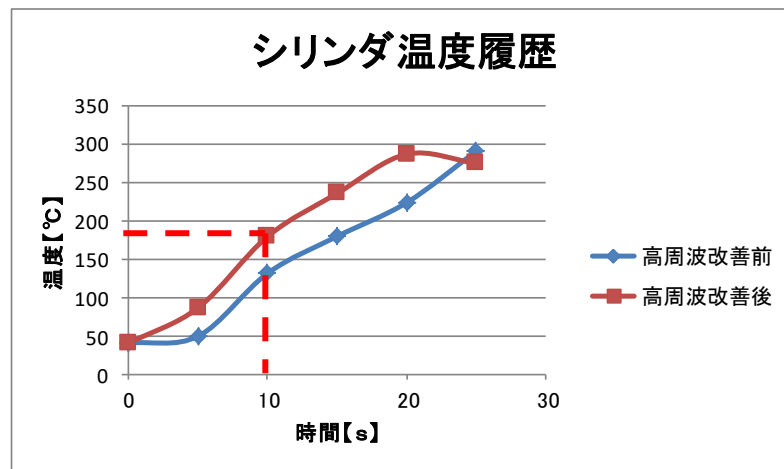


図 10. 高周波加熱によるシリンダの温度分布

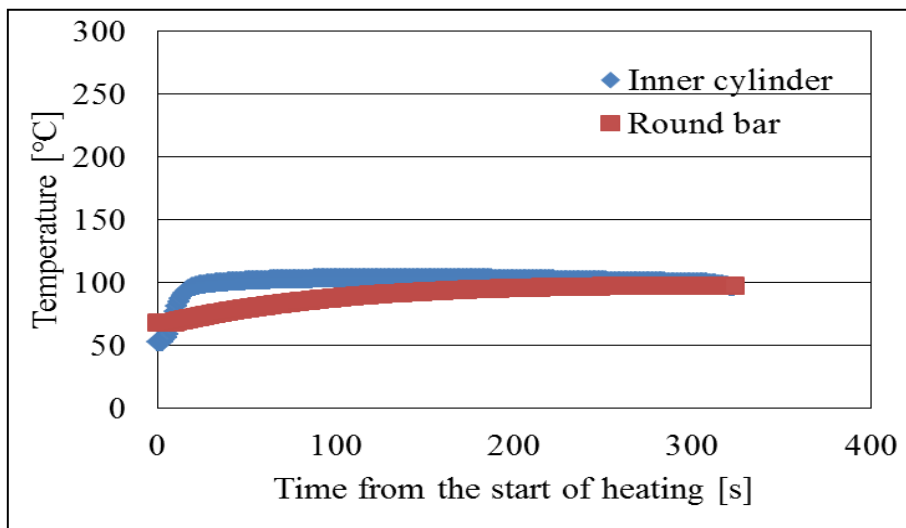
設定した仕様で高周波加熱装置を製作し加熱実験を行ったところ、基本仕様である加熱開始後 10 秒でシリンダ温度が 180°C に昇温させることが未達であった。

未達の原因は高周波加熱器の保護回路にあった。出力発生時の保護回路が働き、加熱時間が遅れる要因であることが分かった。そこで、保護回路の設計を見直し加熱時間の短縮を図った。加熱開始後 3 秒間は保護回路が起動するが、時間を 1.5 秒間と短縮した。この見直しにより 16 秒～18 秒かかっていたシリンダの加熱が 10 秒で加熱できるようになった。図 10 は加熱実験の結果である。

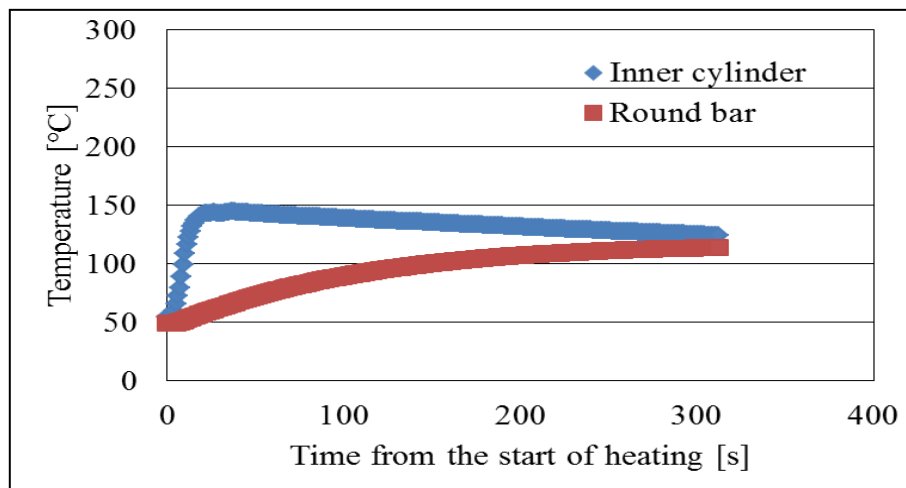
加熱器の基本仕様が定まったところで、加熱器の性能を調査する為に加熱実験を実施した。図 11 は加熱実験の様子である。実験用単軸押し出し機を用いて、加熱条件ごとのシリンダ、スクリーンの温度分布を採取し、加熱器の性能を把握した。加熱条件ごとの温度分布は図 12 に示す。



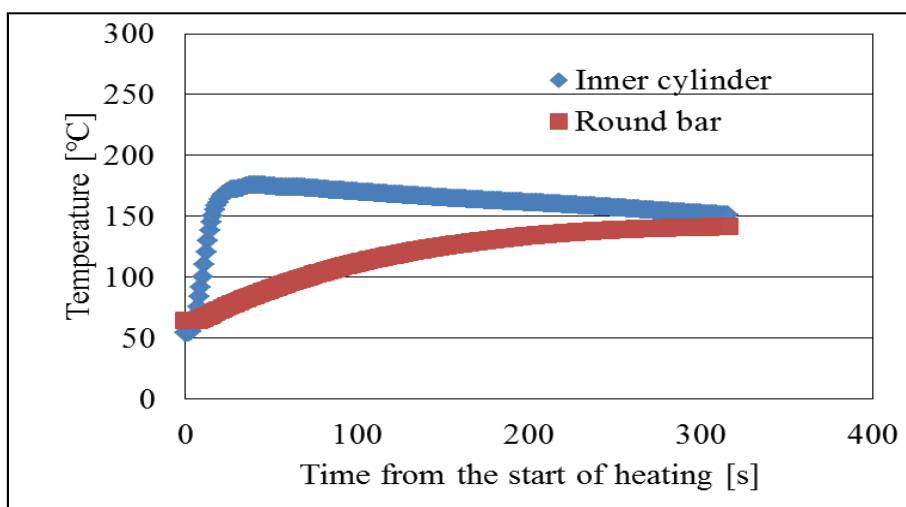
図 11. スクリューとシリンダの温度計測



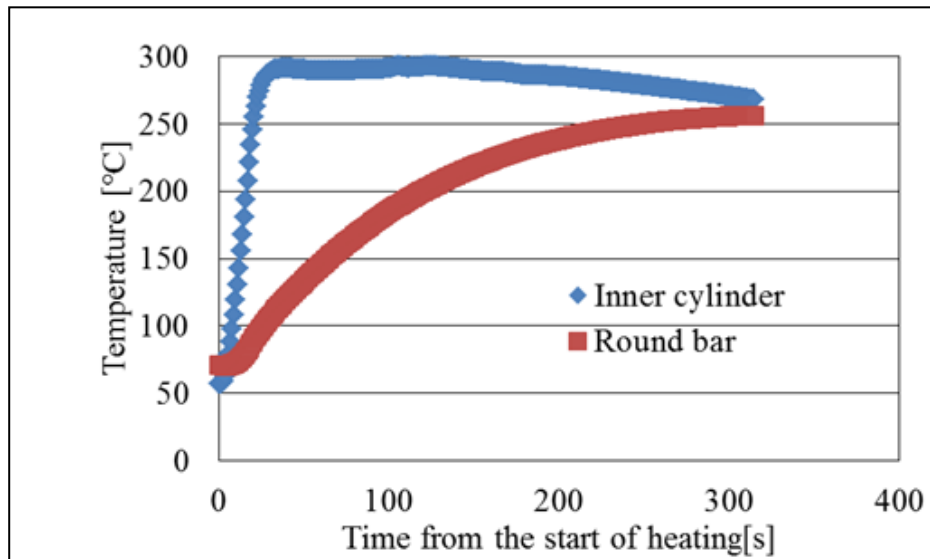
(a)



(b)



(c)



(d)

図 12. 誘導加熱開始時からのシリンダと丸棒の温度履歴

- (a) 11kW-7 秒間加熱, (b) 16kW-7 秒間加熱,
(c) 16kW-9 秒間加熱, (d) 20kW-15 秒間加熱.

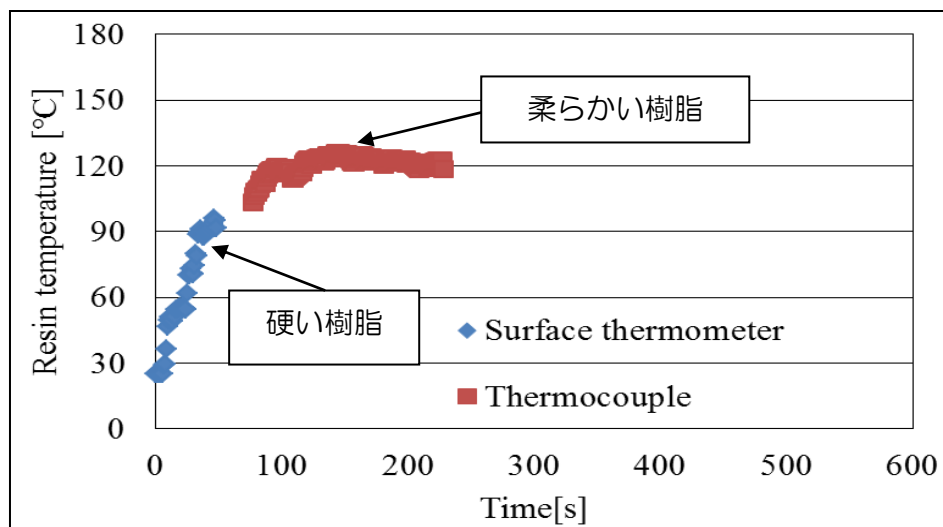
表 2. 実施した誘導加熱条件

Heating condition			
Output power [kW]	Heating time [s]	Output power [kW]	Heating time [s]
11	7	20	5
11	10	20	6
11	13	20	7
11	15	20	8
16	5	20	9
16	6	20	10
16	7	20	13
16	9	20	15
20	4		

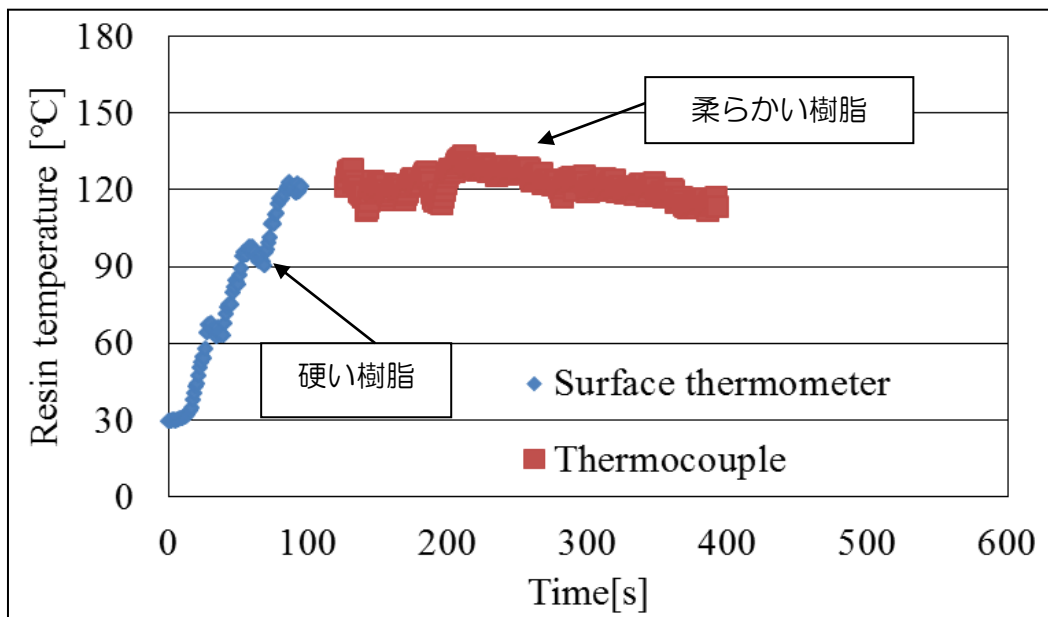
【2-2】加熱器の設計データ蓄積

表 2 に示した加熱実験の条件を基に、実際に樹脂を使用し、高周波加熱による材料の粘度変化を観察した。【1-1】項で行った流動解析にて樹脂温度が 140℃～160℃付近で樹脂の粘度が最も下がる結果であったことを踏まえて、実験目標は加熱条件を導き出すこととした。

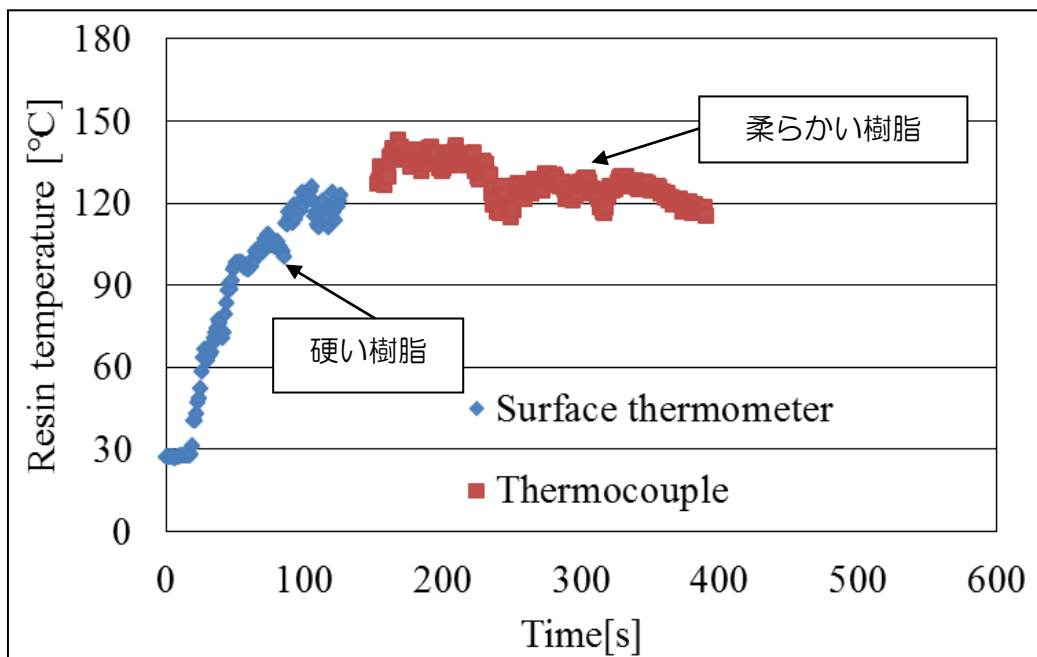
図 13 に実験結果を示す。いずれの条件も加熱中と加熱直後は比較的硬い樹脂が押し出されたので、その樹脂の温度計測には表面温度計を用いた。加熱後 90 秒程度で柔らかい樹脂が押し出されたため、熱電対を樹脂に刺して温度を計測した。図 13 より出力 11kW 加熱 7 秒では、樹脂温度が 120° C 程度までしか上昇しておらず、加熱後しばらくして押し出された樹脂の手触りも固かった。これは周囲のシリンダとスクリューの温度が 100℃程度と低かったからであると考えられる。逆に出力 20kW 加熱 7 秒の加熱条件では樹脂温度が 180℃程度まで上昇していて、目標樹脂温度よりも高く、硬い樹脂が押出される時間が長かった。これは周囲のシリンダとスクリューの温度が 260℃と粘度が下がる温度よりもはるかに高い温度まで上昇したからであると考えられる。結果、140℃～160℃の樹脂が押し出されたのは出力 16kW 加熱 9 秒の条件であった。



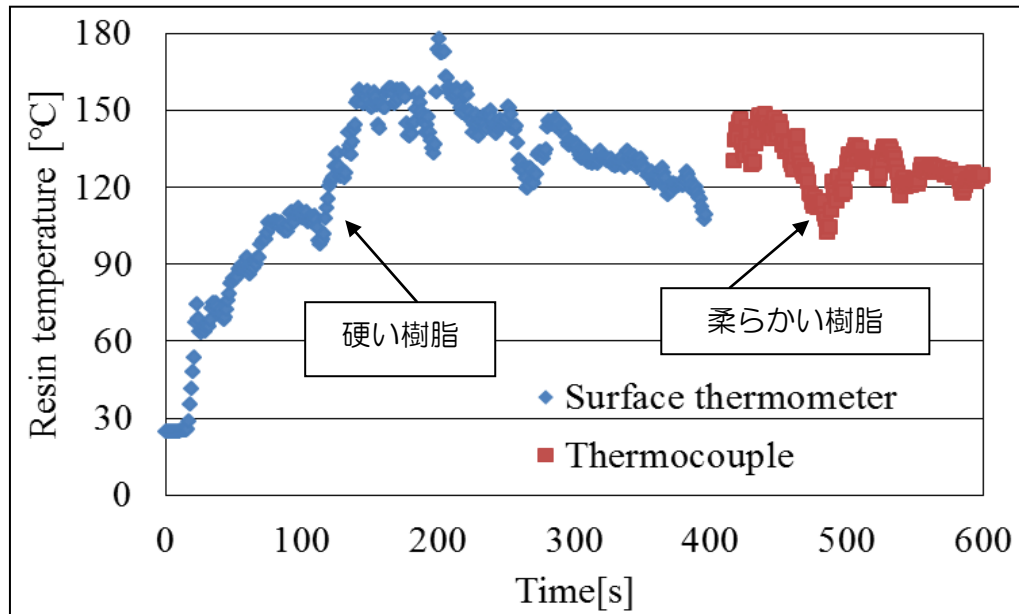
(a)



(b)



(c)



(d)

図 13. 樹脂温度履歴

((a) 11kW-7 秒間加熱, (b) 16kW-7 秒間加熱,
(c) 16kW-9 秒間加熱, (d) 20kW-15 秒間加熱.

研究開発項目【3】樹脂と繊維の混合技術確立、計量法の確立

熱硬化性長繊維含有樹脂の開発は材料メーカーの協力が必要となる。本研究では長繊維材料の開発を進めていた住友ベークライト社と共同で材料開発に取り組んだ。

【3-1】最適熱硬化樹脂の選定

【1-1】項でも記したように、使用する材料はフェノール樹脂とし、その中でも自動車部品の採用実績がある短繊維フェノール樹脂 (PM-9640) をベースに、既存の圧縮成形用長繊維樹脂を改良した長繊維フェノール樹脂を製作した。製作の際 2 種類の材料形状を検討した。

図 14 および図 15 は試作した長繊維材料である。2つの材料にはそれぞれ特徴がある。フィラメント型は繊維の長さを調整することが可能であり、任意の長さにすることが可能である。一方粒形状は繊維の長さにバラツキはあるが、成形品になった時に繊維の分散性が良い。

それぞれの材料において成形を行ったが、フィラメント型はシリンダへの材料供給とスクリーンでの材料の噛み込みが悪く 1 サイクルの計量に 2 分以上の時間が掛かった。一方粒形状も、材料の粒度が不揃いでありシリンダへの材料供給、スクリーンへの噛み込みが悪く、こちらも計

【公開版】

量に2分以上の時間が掛かった。双方の材料とも射出成形には適していなかった。しかし、材料メーカーからの提言として、粒形状の方は粒サイズ（粒度）を変える事が可能でありスクリーへの噛み込みも改善の余地があること、繊維分散を向上させる狙いがあり、機械的強度は短繊維よりも向上が見込まれることから、材料形状については粒形状を採用することになった。



図 14. フィラメント形状



図 15. 粒形状

【3-2】炭素繊維長の決定

射出成形に適した繊維の長さを決定する為、繊維長を数種類選定し成形を試みた。

【3-1】項でも記したが研究当初使用していた材料は圧縮成形用長繊維樹脂を改良したもので、含有繊維長は12mmである。しかしこの繊維長ではスクリーへの噛み込みが悪く、スクリーでの計量に適さない。そこで計量が可能な繊維長の選定を行う為、繊維の長さを8mm、6mmと短くした。結果6mmの材料が最も良好であったが、材料供給・混練は改善されなかった。この結果、生産性の観点から、射出成形に適さないという結論に至った。

一方で粒形状については粒の大きさを小さくする処方を取った。実験では、計量可能な粒の大きさを見定める為、製作した材料を少しずつ砕き、スクリーでの噛み込みを観察した。実験の様子を図16に示す。実験の結果、最大10mm以下に抑える事で、噛み込みの改善が見られた。

この結果を材料メーカーにフィードバックし、材料製作工程の改善に着手した。

材料メーカーにて設備の改良と粒のバラツキが極力小さくなるように、材料を振るいかけ、粒度を揃える工程を追加した。こうしてできた材料を使用したところ、改良前は2分以上かかっていた計量時間が、70秒まで短縮することができたが、材料の計量性改善は材料単体ではこれ以上改善しなかった。成形設備にあると推測し、設備側の改善に取り組むこととなった。

(詳細については【4-1】項に記す。)



図 16. 材料製作実験の様子



図 17. 開発した長繊維含有材料

ここまで成形可能な樹脂形状の選定を行い、形状の決定まで行った。次の取り組みは機械的強度の測定である。長繊維樹脂材料の開発にあたり、機械的強度の目標値が必要である。開発当初は圧縮成形用長繊維樹脂と同等の強度を目指したが、成形方式が異なるので繊維折損による強度の低下は避けられないと判断した。そこで、車載用成形品に使われている短繊維材料を2種類選定し、実力値を確認した。長繊維材料との強度比較を行った。図 18 は短繊維フェノール樹脂と長繊維フェノール樹脂の機械的強度を示す。曲げ強度は同等に近い数値であるが、衝撃強度は10倍近い開きがあった。また短繊維樹脂材料は種類によって強度が異なる。そこで目標値は短繊維樹脂と長繊維樹脂の間となるように設定し、曲げ強度を 180MPa 以上、衝撃強度を 6KJ/m²以上とした。開発した長繊維材が目標の数値に達しているかを確認する為、成形サンプルを製作し機械的強度の測定を実施した。(図 19 参照)

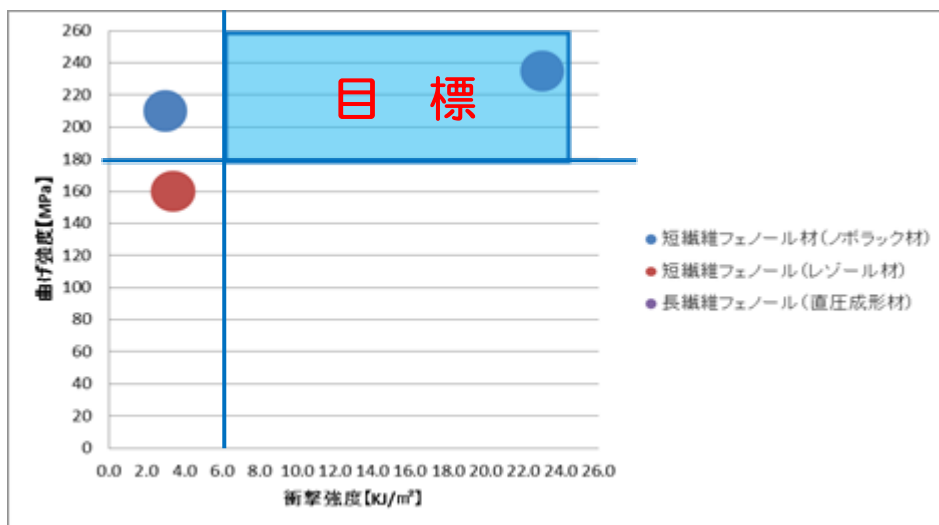


図 18. 熱硬化性樹脂の機械的強度



図 19. 長繊維材料を使用した成形品（トランスファ成形使用）

成形条件や材料の配合など数条件試作し、成形品の曲げ強度、シャルピー衝撃強度、残存繊維長を測定した。結果は以下のとおりである。

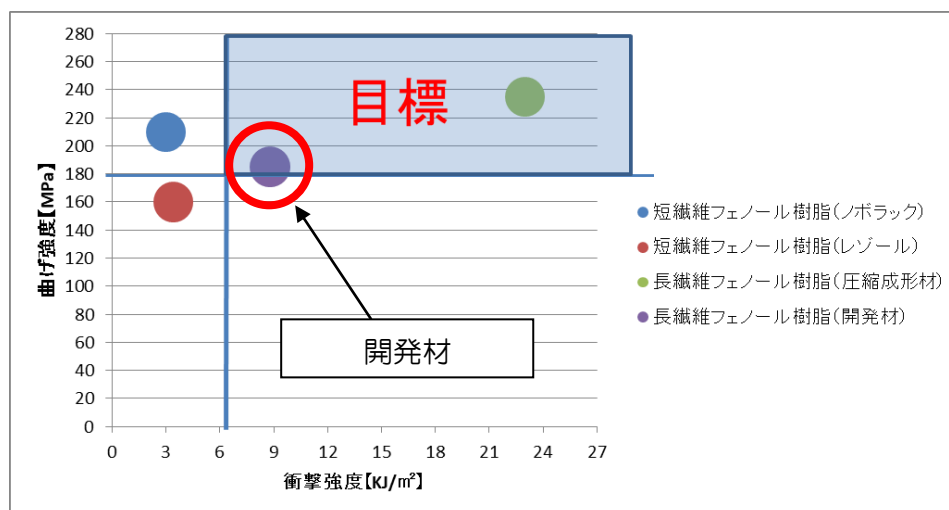


図 20. 長繊維材の機械的強度

機械的強度は曲げ強度平均 185MPa シャルピー衝撃強度平均 8.8KJ/m²であり目標値に達した。その材料は粒度 4 mm～8 mmの材料で成形前の平均重量繊維長は約 2 mmである。

【3-3】樹脂と繊維の混合比の最適化と計量方法の確立

住友ベークライト社にて、炭素繊維の含有率を 45%、30%（繊維長は 8 mm）の 2 種類で成形性評価を行い、最適な混合比率を決める。汎用射出成形機（保有設備）を用いて成形性確認を行った。結果、炭素繊維 45%は射出時に炭素繊維が溶融していない状態で射出された。1 回目の射出後はシリンダ内部で硬化反応を示した。図 21 はシリンダ内部から取り出した樹脂の塊である。45%は溶け性が悪く、量産性困難と判断した。炭素繊維 30%材料は問題なく成形が出来た（図 22 参照）。よって、今後は含有率 30%を軸として更なる樹脂開発を推進する。



図 21. 長繊維樹脂の混練状態（含有率 45%）



図 22. 長繊維樹脂の成形品（含有率 30%）

射出成形は材料をホッパーに入れ、そこからシリンダに供給される。しかし長繊維材料においては、材料の繊維が絡み合い、通常のホッパーでは材料を供給することが困難である。そこで供給を安定させるためには飢餓供給が最適ではないかと考えた。（飢餓供給とは、シリンダの供給口へ必要最小限の材料を送り込む技法。）そこでホッパーに代わり、材料供給フィーダーを成形機に取り付けた。図 23 は設置状態を示す。材料フィーダーからの供給を安定させるために、図 24 のように材料を攪拌させながら供給を行った。攪拌することで、繊維の絡み合いを最小限に抑え、供給量を一定にする狙いがある。またスクリューの回転数に合わせ、材料供給装置の供給速度を調整した。その結果材料の供給が安定して行えるようになり飢餓供給での計量が可能となった。



図 23. 材料フィーダー



図 24. 材料供給の様子

研究開発項目【4】熱硬化性樹脂用射出成形機の開発

【4-1】実験用トランスファ成形機、および実験用単軸押し出し機を試作、実験

高周波加熱器を具装させた状態での射出成形技術は過去に例がないため、新規に成形機を製作する必要がある。そこで圧縮成形に類似した成形方法であるトランスファ成形をヒントに、射出成形にも対応可能な特殊成形機の試作機を設備メーカーと共同で製作した。目的は長繊維樹脂材料の成形データを蓄積すると共に、将来的に射出成形機への移行を目指すための基礎研究を行う事である。図 25 に導入した実験用トランスファ成形機を示す。

トランスファ成形における一般的な材料供給方法として、1 回の成形に必要な材料をタブレットという形状に加工し余熱した後、金型内のポットに入れる工程となっている。しかし本研究では高周波誘導加熱装置によるシリンダの急速加熱による材料供給を目的としている為、射出サブユニットを用いシリンダ内で材料の加熱・混練させる方法を考案した。射出された材料は一時ポットに溜まり、トランスファ成形機のプランジャで加圧し金型内に設けられたランナー（湯道）を通り、製品まで流れ着く構造となっている



図 25. 実験用トランスファ成形機と射出サブユニットの設置状態

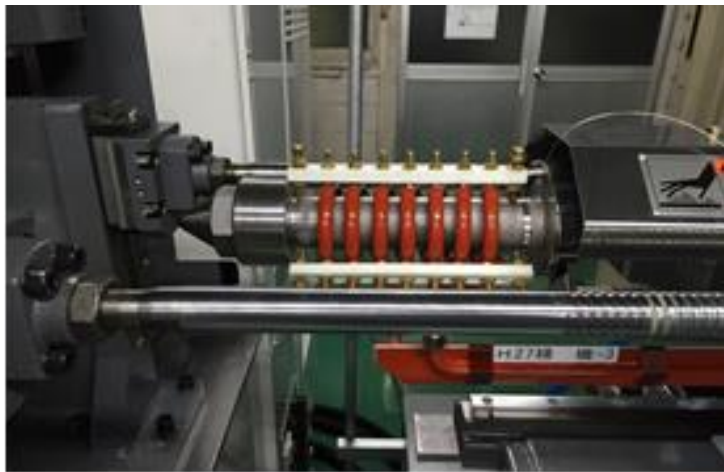


図 26. 高周波加熱器の具装状態

設備導入後、成形実験を実施しデータ採取を行った。成形実験では短繊維材料を使用し、当初の設計を満足するかを検証した。結果として成形することは可能であるが、3ショット程度連続で成形すると材料が硬化し、連続成形ができなかった。問題は設備の構造にあり、高周波誘導加熱器による加熱の影響がシリンダ後部に及び、材料がシリンダ内で硬化反応を起こす。また金型からのもらい熱により、ノズル先端部も硬化反応を起こす。そこで課題を解決する為、図 27 のように設備改造を検討し実施した。改造のねらいは、高周波加熱によるシリンダ後部の樹脂の硬化を防ぐと共に、シリンダ先端のヘッド硬化を防ぐ事である。図 28 は改造後の実験用トランスファ成形機である。

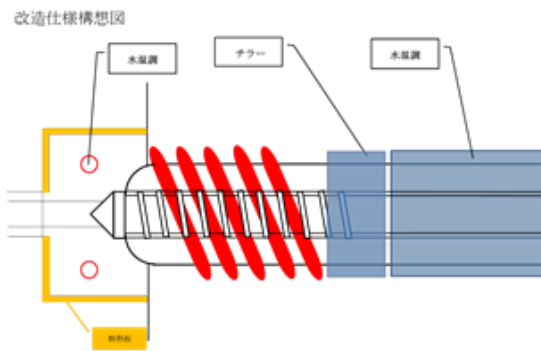


図 27. 設備改造検討図

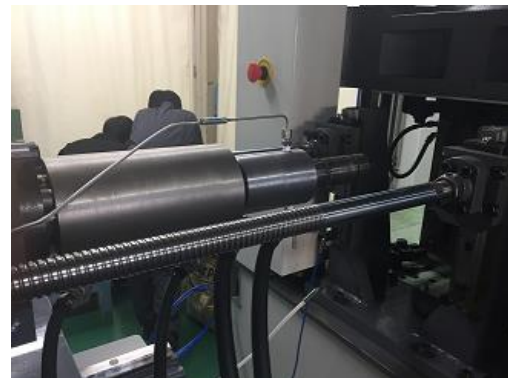


図 28. 改造後の設備

改造の内容は以下のとおりである。

1. ノズル部での材料硬化改善①→ノズルと一体になった新規シリンダの開発
2. ノズル部での材料硬化改善②→スプール部の温度コントロール追加（専用金型）
3. シリンダの後部の材料硬化対策→高周波加熱温度コントロールできる機構の追加。
4. シリンダ後部の材料硬化対策→加熱コイルの長さ変更と取り付け位置の調整（図 29）。



図 29. 特殊シリンダ先端部

これらの改造を施し成形実験を行ったところ、短繊維フェノール樹脂での連続成形が可能となった。しかし長繊維フェノール樹脂での成形では別の問題が発生し連続成形できなかった。その原因は以下とおりである。

1. 使用していたスクリーでは材料が噛み込まない。
2. ホッパー口で材料詰まり（ブリッジング）が発生（図 30 参照）。

上記課題を対策する為、成形機側ではスクリーの形状、ホッパー形状の改造を行った。

図 31 は改造検討図である。

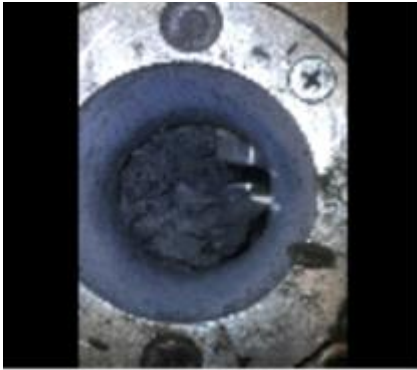


図 30. ホッパー口でのブリッジング

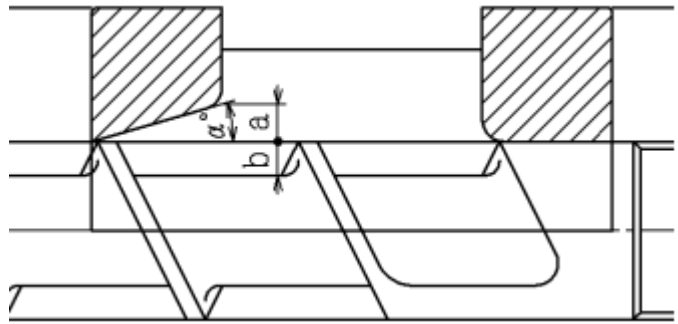


図 31. 改造検討図（ホッパー下、スクリュー）

設備の改造を実施した後、長繊維フェノール樹脂を用いた成形実験において計量時間を計測した。その結果、材料の計量時間を 70 秒から 30 秒程度まで短縮させることができた。

これらの実験・改造を繰り返し当初 3 ショット程度しか成形できなかった設備は、10 ショット以上の連続成形ができるまでになった。これにより成形機の基本仕様および成形データの蓄積を行う事ができ、実験用射出成形機の基本設計に移行する事ができた。

【4-2】実験用射出成形機の試作仕様を決定し試作

本研究はこれまで実験用トランスファ成形機を中心に実験と設備の改良を行ってきた。トランスファ成形機で得られた研究データを生かし、生産性が優れている射出成形機への移行を検討した。基本設計はトランスファ成形機で使用した射出サブユニットの設計データを移行する。図 32 は製作した実験用射出成形機である。設備完成後、成形実験を実施した。



図 32. 実験用射出成形機

【公開版】

改造した実験用射出成形機を用いた成形実験を実施した。まずはトランスファ成形で得られた成形条件で成形が可能かを調査した。その結果、同じ加熱条件で成形しているにも関わらず、成形品は充填不足の成形品が多かった。

トランスファ成形では加熱コイルの外周 50mm の範囲は金属等磁性するものは無いが射出成形機ではダイプレートが加熱コイルの 10~20mm まで接近する個所がある。コイルと金属が接近したことにより、ダイプレート側に磁界が発生し高周波の出力が低下したと考えられる。ダイプレートからコイルを離して加熱を行うと、トランスファ成形と同じ出力が得られた。

この事象を改善する為、コイルとダイプレートが最接近する個所にアルミ箔を覆い、高周波の影響を受けないようにした（図 33 参照）。実験ではシリンダの加熱スピードが上がり、トランスファ成形の成形条件を再現する事ができた。図 34 は実験用射出成形機で成形した製品である。



図 33. 実験用射出成形機の問題点



図 34. 実験用射出成形機での成形品（長繊維樹脂使用）

【4-3】射出条件の絞り込み

実験用単軸押し出し機や樹脂流動解析ソフトを用いた解析において加熱条件（加熱出力 16kW、加熱時間 9 秒）を決定した。しかし、実際の成形機での実験では、シリンダの温度が上がりすぎ、冷却に3分程度を要した。その結果、成形サイクルは6分30秒程度と長くなった。成形を実用化するにあたって、6分30秒という成形サイクルは長すぎるため、抜本的な加熱条件の見直しが求められた。

これまでは、加熱開始時のシリンダ温度は40℃から50℃の間に設定していた。これは計量時に材料を硬化させない為であるが、前述した材料混練実験において、加熱開始から樹脂の架橋反応が始まるまでには1分30秒程度必要である。という事はシリンダがある程度加熱された状態から計量を開始しても、架橋反応により材料が硬化する事は無いと推測した。

そこで、加熱開始時のシリンダの温度を80℃から20℃刻みで変更し、樹脂の状態を確認した。その結果120℃付近から5秒間加熱する条件であれば、初期の加熱条件と同等の粘度を得られることが分かった。

新たな加熱条件16kW-5secを用いて連続成形を実施した。成形方法はトランスファ成形、材料は短繊維フェノール樹脂(住友ベークライト、PM9640)とした。成形品を図37に示す。サイクル時間は平均1分56秒、計量&射出時間は平均5.5秒であった。この結果より、短繊維フェノール樹脂の成形において、大幅なサイクル時間短縮を実現したと言える。長繊維フェノール樹脂を用いた場合、計量&射出時間は30~40秒なので、長繊維フェノール樹脂の成形サイクルはおおよそ2分半程度と推測できる。(実際の成形では、成形方式や成形条件、金型の違い等によって加熱時間が1秒程度前後する場合がある。)



図 37. トランスファ成形機による成形品（短繊維フェノール樹脂使用）

【公開版】

短繊維フェノール樹脂における成形実験の結果を長繊維フェノール樹脂の成形実験にフィードバックしたが、短繊維フェノール樹脂の加熱条件では加熱時間が長く、材料が計量中に硬化し射出が不可能であった。そこで成形スタート時のシリンダ温度を 50℃、70℃、90℃、110℃の4水準を設けて成形可能な温度条件の調査を行った。表3は長繊維フェノール樹脂材料を使用した各水準の成形実験の結果である。

表3. 長繊維フェノール樹脂の成形実験（開始温度別）

	成形条件				平均曲げ応力
	シリンダ中央 ℃	シリンダ先端 ℃	スクリュー ℃	計量時間 S	
条件1	55	68	49.3	28	162.63
	57	72	51.2	29.3	
	59	72	56.7	26.2	
	59	72	50.7	25	
	51	74	58.9	24.4	
	58	68	59	26.1	
	60	71	57.9	27.8	
条件2	72	87	58.4	30.4	159.56
	73	94	63.2	25.8	
	73	90	59.9	28.5	
	72	89	63.7	26.6	
	72	90	67.7	26.2	
条件3	89	102	76.6	29.7	172.45
	92	107	84.3	29.7	
	95	110	86.8	29.5	
	91	104	85.5	28.6	
	84	101	82.5	28.8	
	94	110	87.2	26.5	
条件4	107	122	90	25.9	165.01
	105	123	92	-	
	108	126	-	-	

表中の条件1～3では外観に差のない成形品ができ、その中で強度比較をすると条件3が最も良い結果となった。条件4はショット毎の成形品に差があり成形が安定して行えなかった。このことから、長繊維フェノール樹脂においては条件3が最も有効な温度条件であると考えられ

る。条件1および条件2ではスプール部が硬化しない事象が発生し、成形に時間が掛かった。また機械的強度（曲げ強度）に差が生じていることが分かる。表中より成形時の温度を比較するとスクリー温度に差が生じていることが判明した。これにより材料に十分な熱が伝わっていないと推測した。スクリーの温度が低い状態では材料に十分な熱が伝わらず、材料が十分混練されていないと考える。条件3のようにスクリーの温度が90℃付近になった時が、最も成形が安定した。

【4-4】新スクリーの開発、射出成形機の改良

長繊維フェノール樹脂の成形に適した射出成形用スクリーの開発を行った。開発当初は可塑性長繊維樹脂で実績のあるV&Dスクリーをベースにした専用スクリーを開発する予定であったが、成形実験で使用した際、材料が圧縮されシリンダ内で硬化しスクリーが回らない、材料が噛み込まない等の問題が発生した。そこで、成形を安定させることに主眼を置き、まずは材料の噛み込みを向上させるスクリーの開発に取り組んだ。

[4-1]項でも記述したが材料の噛み込みを改善する為には、材料形状に合わせたスクリー溝の深いスクリーにする必要がある。図38は改造したスクリーである。①は改造前のスクリー、②は改造後のスクリーを示す。

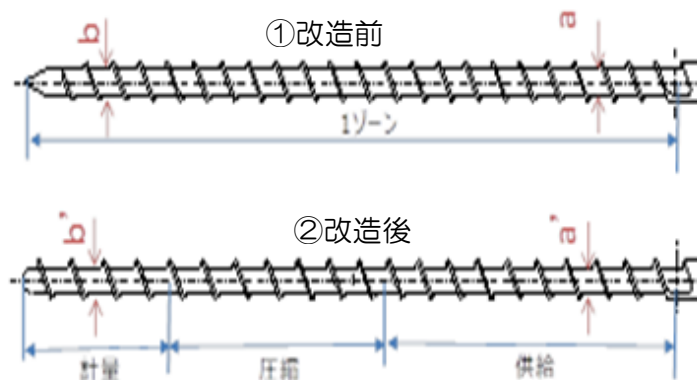


図 38. 長繊維フェノール樹脂用スクリー

2つの違いはスクリーの溝深さである。改造前のスクリー①は1ゾーンスクリーと呼び、スクリーの根元aから先端bまで同じ径で作られている。一方で改造後の②スクリーは材料が噛み込みやすくなるように根元a'は細く先端b'にかけて徐々に太くなる。この方式は樹脂量を変えずに計量できるという仕組みである。開発したスクリーを使用することで、計量時間を70秒から25秒まで短縮させることができた。

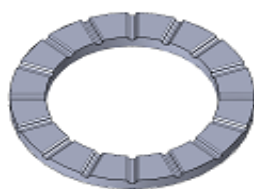
研究開発項目【5】成形品の評価

【5-1】 自動車用射出成形部品の実用評価

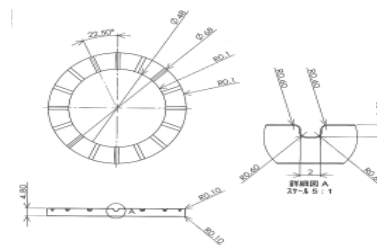
長繊維フェノール樹脂の実用性を評価する為、本研究のオブザーバーである供給予定先企業様と協議し製品スペック等の情報を得てスラストワッシャーの試作図面を作図した。(図 39)

スラストワッシャーの最適な成形条件を流動解析ソフト Moldex3D にて導き出した。

スラストワッシャーの成形において、ゲート部分に樹脂が流入する時に射出速度を落とすと樹脂が充填しやすかった。この経験を踏まえ、樹脂流動解析ソフト Moldex3D を用いて解析を実施した。図 40 のような解析モデルで、射出速度を変えて (40mm/sec~100mm/sec) どの程度最大せん断応力が生じるか、解析を実施した。図 41 に解析結果を示す。射出速度が低速 (40mm/sec) の場合、せん断応力の分布が均一で、せん断応力が比較的低い。一方、射出速度が高速 (100mm/sec) の場合、ゲート中央部のせん断応力が高く、せん断応力の分布に偏りが生じた。せん断発熱が生じたため、樹脂の硬化が早まり、樹脂が充填しにくかったと考える。製品仕様の決定後、試作用金型の製作に取りかかり、金型完成後に解析した条件を用いて実験用射出成形機にてサンプル品を製作した (図 42)。今後は引張試験や摩擦係数測定など本格的な実用化に向けた評価を行う。



(a)



(b)

図 39. スラストワッシャーの試作検討図面

((a) 3Dモデル (b) 2D図面)

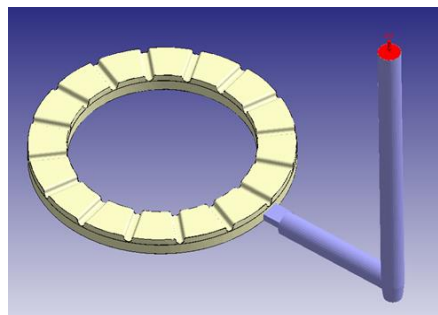


図 40. 解析モデル (スラストワッシャー)

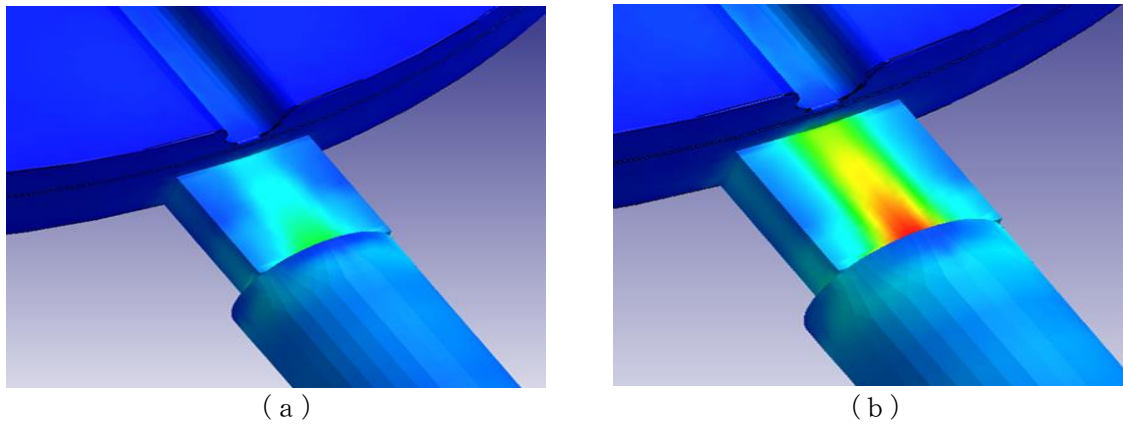


図 41. 最大せん断応力; (a)40mm/sec; (b)100mm/sec.

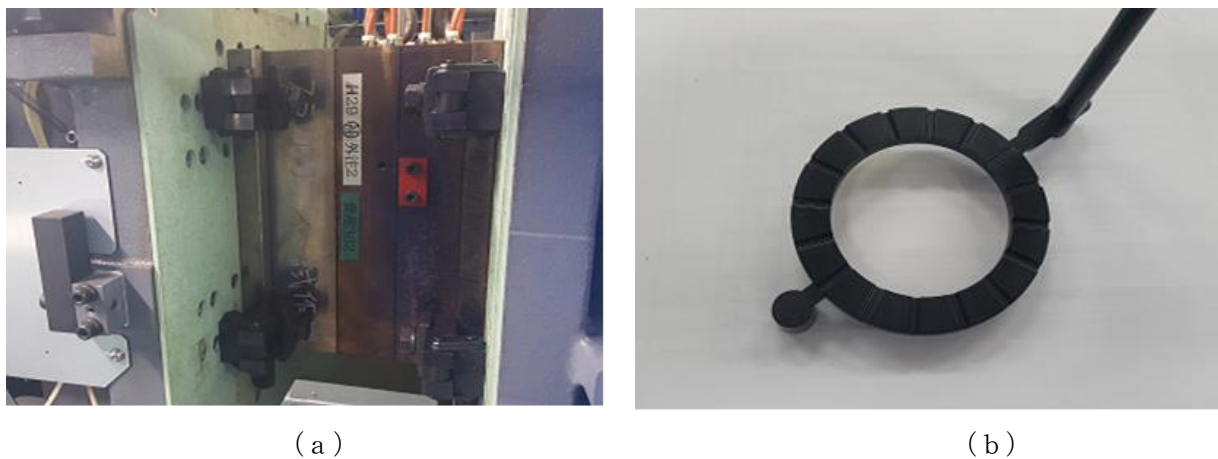


図 42. スラストワッシャー用金型 (a) と試作した成形品 (b)

第3章 全体総括

[研究開発の成果]

本事業では熱硬化性長繊維含有樹脂を用いた射出成形技術の構築に取り組み、材料・設備・成形方法の各項目において、技術開発を行った。従来の射出成形技術では実現できなかった、長繊維樹脂材料を用いた射出成形品の開発が行えるようになり、研究当初の目的を達成することができた。

これは部品の軽量化を目指す各産業分野に寄与するものであり、今後は開発された技術を用いることで、耐熱性、高強度が求められる部品の樹脂化が可能となる。高強度、高耐熱という特性を生かした樹脂部品の開発は、各産業分野の省エネルギー化や生産性向上に適応し、新たな事業への展開も見込まれる。

[成形品の量産化に向けた課題]

本研究の事業化については量産化技術の構築が不可欠である。量産化に向けての課題として、生産コストの低減が必須である。

そのためには以下の技術的課題を解決する必要がある。

1) 成形サイクルの更なる短縮

現状では3分程度必要であるが、従来の射出成形技術では1分から1分30秒程度で成形が可能である。成形サイクルの短縮はコスト低減に最も効果があり、従来技術と同等までサイクル短縮させることが今後の目標である。

2) 材料ロスの削減

現状1ショット毎に捨て打ち（ページ）が必要であり、1回当たり材料ロスが50g程度発生している。従来の射出成形では発生しないロスであることから、材料ロスの削減（目標は10分の1程度）を念頭に材料コスト低減を狙う。

また製品の形状に合わせた成形条件の最適化、金型づくりのノウハウ蓄積が必要であり、実用化に向けた研究開発を推進する。

[新たな事業展開の可能性]

金属から樹脂への転換は運輸業界のみならず、幅広い分野で研究が進められている。我々の開発した技術はそうしたニーズに合致するものである。その中で、まずは自動車部品での採用を目指し、樹脂化事例を蓄積したい狙いがある。

自動車での採用が増えれば、輸送機器全般への普及がみこまれ、自動車のみならず航空機、鉄道等にも裾野を広げていける可能性がある。

また将来的には、医療機器、防災機器などの民生事業に開発の裾野を広げる事で、燃費向上、省エネ機器への販路拡大を模索していく。